

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 74 09642

(54) Nouvelle mousse syntactique, procédé de fabrication d'une telle mousse et diélectrique utilisant une telle mousse.

(51) Classification internationale (Int. Cl.²). C 04 B 29/00//H 01 G 3/00.

(22) Date de dépôt 21 mars 1974, à 14 h 55 mn.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du public de la demande B.O.P.I. — «Listes» n. 42 du 17-10-1975.

(71) Déposant : Société dite : THOMSON-CSF, résidant en France.

(72) Invention de : Louis Labille.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire :

L'invention concerne les mousses syntactiques.

Une mousse, au sens conventionnel du terme est un matériau solide possédant une structure cellulaire obtenu par un moyen physique ou chimique, ou par une combinaison des deux. La structure cellulaire, dont l'un des buts essentiels est d'obtenir un matériau de masse volumique faible, est caractérisé par sa nature, selon qu'elle est fermée ou ouverte et communicante.

Une mousse syntactique n'est pas tout à fait une mousse au sens conventionnel du terme. Elle présente la caractéristique d'avoir une structure cellulaire définie, non pas par une réaction chimique, mais par des sphères creuses, à parois minces, remplies d'un gaz inerte. Ces sphères sont mélangées à un liant. Celui-ci, réagissant avec ou sans apport de chaleur, transforme le mélange en une matière solide.

De telles mousses sont utilisées en électronique où elles sont destinées à protéger des circuits. Il est nécessaire alors que la constante diélectrique de la mousse soit ajustable en fonction de l'application et que les pertes soient les plus faibles possibles.

Dans les mousses syntactiques les pertes diélectriques sont d'autant plus faibles que la proportion de liant est plus faible. A la limite, une mousse syntactique à faible constante diélectrique est constituée par des sphères jointives, liées par des films très minces de liant.

Les mousses syntactiques connues, constituées par des sphères creuses minérales et un liant à base de résine organique de synthèse (résine époxy ou polyester, par exemple) ont des caractéristiques d'utilisation qui sont limitées pour plusieurs raisons : La résistance mécanique des résines organiques diminue avec la température. Lorsqu'une mousse syntactique est utilisée à des températures croissantes, sa résistance mécanique diminue, allant jusqu'à la destruction du matériau, soit par fusion de la résine dans le cas où celle-ci est thermoplastique, soit par modification irréversible de la structure moléculaire lorsque la résine est thermodurcissable.

La dégradation des caractéristiques mécaniques est généralement accompagnée d'une dégradation des caractéristiques diélectriques

(permittivité et angle de perte). Ces modifications mécaniques et diélectriques ne sont généralement pas réversibles et les mousses syntactiques connues présentent toujours un effet de vieillissement plus ou moins rapide.

- 5 Enfin, les mousses syntactiques, obtenus par moulage ou coulées et pression, présentent toujours un effet de retrait au moment de la polymérisation de la résine, ce qui nuit à la précision des pièces obtenues.

La mousse syntactique selon l'invention ne présente pas ces
10 inconvénients.

Selon une caractéristique de l'invention, une mousse syntactique rigide constituée par des sphères creuses minérales et un liant est caractérisée en ce que ledit liant est de nature minérale.

- Les sphères creuses sont faites en un matériau minéral, du ver-
15 re, de l'alumine, ou de la silice. Les liants minéraux susceptibles d'être utilisés sont des liants phosphatés tels le monophosphate d'aluminium ou les polyphosphates des métaux alcalins.

La nature minérale du liant dans la mousse suivant l'invention lui confère les avantages suivants :

- 20 La structure entièrement minérale du matériau obtenu permet une température d'utilisation élevée en régime continu, qui serait impossible avec les mousses à base de résine organique.

Les propriétés mécaniques et diélectriques sont conservées dans toute la gamme des températures d'utilisation.

- 25 Les mousses syntactiques objet de l'invention ne présentent pas d'effet de vieillissement lorsqu'elles sont exposées à des températures élevées, ni d'effet de retrait au cours de leur mise en oeuvre, ce qui permet de mouler des pièces avec une grande précision.

- Un procédé de réalisation d'une mousse syntactique selon l'in-
30 vention consiste à mélanger les sphères avec le liant pris sous la forme d'un liquide concentré, le mélange ainsi réalisé constituant une pâte qui est moulée, puis démoulée, séchée et cuite au four.

L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description qui suit. La figure qui est annexée représente une vue en coupe

très grossie de la structure de la mousse minérale selon l'invention.

Celle-ci est constituée de deux éléments minéraux : des sphères creuses A à parois minces et un liant minéral B occupant l'espace laissé entre les sphères (certaines sphères ont été brisées à la coupe).

- 5 Les sphères sont faites d'une matière minérale, de la silice, du verre ou de l'alumine par exemple. Le diamètre de ces sphères est compris entre 10 et 500 microns dans l'exemple décrit. Des sphères plus petites ou plus grosses permettrait d'obtenir des produits adaptés à des besoins particuliers. Plusieurs tailles de sphères
10 sont utilisables; les petites sphères comblant les vides laissés entre les grandes sphères (comme le montre la figure).

Le liant qui assure l'adhérence des sphères entre elles est un liant minéral phosphatique. Il existe deux catégories principales de liants phosphatiques : les uns acides, dont le plus employé est le
15 monophosphate d'aluminium ; les autres basiques, qui sont généralement les polyphosphates des métaux alcalins. Les propriétés liantes apparaissent lorsque le matériau est chauffé.

La fabrication de la mousse syntactique minérale selon l'invention peut se faire selon deux procédés différents.

- 20 Un premier procédé consiste à incorporer les sphères minérales dans du liant liquide pour former une pâte ayant une composition volumique en sphères et en liant déterminée (en fonction de caractéristiques à obtenir) ; la pâte est placée dans un moule métallique ; le moulage s'effectue sous une pression contrôlée pour rendre les
25 sphères jointives sans risquer de les briser. La pâte ayant pris la forme du moule est démoulée, séchée puis cuite au four. La température de cuisson est déterminée en fonction du matériau constituant les sphères et des caractéristiques du matériau recherché. Pour une mousse contenant des sphères en silice, la température est comprise
30 entre 600° et 1200°.

Un second procédé consiste également à réaliser un mélange liant-sphère mais plus liquide que dans le cas précédent. Le liant cette fois est dilué au préalable dans de l'eau ou un autre solvant et les sphères sont introduites et mélangées. Ce mélange liquide peut alors

être coulé dans un moule absorbant ou poreux (moule en plâtre par exemple). L'excédant d'eau ou de solvant contenu dans le liant liquide est absorbé par le moule. Le séchage s'effectue dans le moule. Le démoulage n'intervient qu'après séchage complet et est suivi par la cuisson.

La mousse obtenue est entièrement minérale.

Au cours de la cuisson une réaction chimique intervient entre le liant et le matériau constituant la paroi des sphères.

Une structure spatiale en réseau se constitue et confère à la mousse sa cohésion, sa résistance mécanique et sa stabilité. Bien entendu ces réactions n'interviennent qu'à la surface des sphères qui sont ainsi liées les unes aux autres. La réactivité d'un liant avec les sphères minérales sera plus ou moins grande et exigera une quantité de chaleur qui dépendra de la nature des constituants mis en présence.

A titre indicatif, une mousse syntactique selon l'invention peut présenter une constante diélectrique voisine de 1,25, avec une tangente de l'angle de perte de l'ordre de 10^{-3} . Il est possible d'obtenir des mousses dont la masse volumique est de l'ordre de 0,35 g/cm³, qui résistent à des températures qui peuvent atteindre 900° ou 1000° en conservant intactes ses propriétés électriques.

Outre le fait que les propriétés mécaniques et diélectriques se conservent dans toute la gamme des températures d'utilisation, les mousses objet de l'invention ne présentent pas d'effet de vieillissement ni d'effet de retrait au cours de leur mise en oeuvre, coulée ou moulage et cuisson. Des pièces de grande précision peuvent être ainsi obtenues.

La mousse minérale selon l'invention permet de réaliser des diélectriques à faible perte et à faible permittivité.

Il est toutefois possible de faire varier les caractéristiques électriques et mécaniques de cette mousse en modifiant les proportions de liant et de sphères et/ou la température de cuisson au cours de la réalisation.

En agissant sur les proportions du mélange et la pression de

moulage, la constante diélectrique peut être ajustée.

Des valeurs élevées de la constante sont obtenues en rajoutant au mélange sphères-liant, à l'état liquide, une charge minérale sous forme d'oxydes ou de silicates.

5 Il est également possible de créer, à partir des mêmes constituants de base, un matériau absorbant pour les ondes électromagnétiques en ajoutant une charge de carbone au mélange sphères-liant. Le procédé peut être utilisé en hyperfréquence pour produire des absorbants ou des matériaux résistifs capables de supporter des tem-
10 pératures d'utilisation limitées seulement par la température de combustion du carbone.

L'invention est applicable, sous la forme de mousse rigide à faibles pertes et à faible permittivité, à l'industrie radioélectrique pour constituer des fenêtres électromagnétiques à très large
15 bande de fréquence. Ces fenêtres, utilisées en particulier sur les avions hautement supersoniques sont soumises à des températures élevées. Les mousses suivant l'invention gardent leurs propriétés malgré les conditions sévères d'utilisation.

Sous la forme d'un matériau de pertes, l'invention est applica-
20 ble à la réalisation de charges absorbantes micro-ondes.

RE V E N D I C A T I O N S

1. Mousse syntactique rigide constitué par l'association de sphères creuses minérales et d'un liant, caractérisée en ce que ledit liant est de nature minérale.
2. Mousse suivant la revendication 1, caractérisée en ce que le liant
5 minéral est un liant phosphatique pris parmi le monophosphate d'aluminium et les polyphosphates de métaux alcalins.
3. Mousse suivant la revendication 1, caractérisée en ce qu'elle contient en outre une charge de silicates.
4. Mousse suivant la revendication 1, caractérisée en ce qu'elle con-
10 tient, en plus, une charge d'oxydes.
5. Mousse suivant l'une des revendications 1 à 4, caractérisée en ce qu'elle contient en plus, une charge de carbone.
6. Mousse suivant l'une des revendications 1 à 5, caractérisée en ce que le diamètre des sphères creuses minérales est compris entre 10
15 et 500 microns.
7. Procédé de réalisation d'une mousse syntactique selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comporte les étapes principales suivantes opérées successivement à partir d'un liant minéral sous la forme d'un liquide concentré et de sphères minérales:
20 a) mélange des sphères et du liant ;
b) moulage sous pression du mélange ;
c) démoulage du produit obtenu ;
d) séchage et cuisson à une température comprise entre 600° et
25 1200°.
8. Procédé de réalisation d'une mousse syntactique selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comporte les étapes principales suivantes opérées successivement à partir d'un liant minéral sous la forme d'un liquide concentré et de sphères minérales :
30 a) mélange des sphères et du liant ;
b) coulée du mélange dans un moule absorbant capable d'absorber le liquide contenant le liant ;
c) séchage dans le moule ;

- d) démoulage et cuisson à une température comprise entre 600° et 1200°.
9. Procédé de réalisation d'une mousse selon la revendication 7 ou 8, caractérisé en ce qu'une charge de silicates est rajoutée au cours de l'étape du mélange.
10. Procédé de réalisation d'une mousse selon la revendication 7 ou 8, caractérisé en ce qu'une charge d'oxydes est rajoutée au cours de l'étape du mélange.
11. Procédé de réalisation d'une mousse selon l'une des revendications 6 à 10, caractérisé en ce qu'une charge de carbone est rajoutée au cours de l'étape du mélange.
12. Matériau diélectrique rigide, léger, à faibles pertes et à faible constante diélectrique, caractérisé en ce qu'il est constitué par une mousse syntactique selon l'une des revendications 1 à 4.
13. Matériau absorbant rigide, léger, à fortes pertes hyperfréquences caractérisé en ce qu'il est constitué par une mousse syntactique selon la revendication 5.

